

Dispersing agents, dispersions containing these agents and paints and inks made from the dispersions

Patent Number: US4224212

Publication date: 1980-09-23

Inventor(s): TOPHAM ARTHUR

Applicant(s): ICI LTD

Requested Patent: JP54037082

Application Number: US19780919831 19780628

Priority Number (s): GB19770029803 19770715

IPC Classification: B01F17/52; C08K5/01; C08K5/02

EC Classification: B01F17/00K2, C08G69/44, C08G81/00, C09D11/02B, C09D17/00F

Equivalents: AU3780278, AU518818, BE868890, CA1117689, CH640150, DE2830860, DK152564B, DK152564C, DK317278, FR2397226, IT1097525, JP1570685C, JP63030057B, NL184624C, NL7807584, NZ187714

Abstract

Dispersing agents comprising a poly(lower alkylene)imine chain to which are attached at least two polyester chains by means of salt and/or amide links and the use of these agents in the preparation of dispersions of solids, particularly dyestuffs and pigments, in organic liquids.

Data supplied from the **esp@cenet** database - I2

⑨日本国特許庁
公開特許公報

⑩特許出願公開
昭54-37082

⑤Int. Cl.²
B 01 F 17/28
C 09 D 11/00
C 09 D 17/00

識別記号

⑥日本分類
13(9) D 2
24(3) A 01
118 B 1
116 B 01

府内整理番号
6771-4G
2102-4J
2102-4J

⑦公開 昭和54年(1979)3月19日
発明の数 3
審査請求 未請求

(全 9 頁)

⑧分散剤、該分散剤を含有する分散液、および
該分散液から製造せる塗料およびインキ

34

⑨出願人 インペリヤル・ケミカル・イン
ダストリーズ・リミテッド
イギリス国ロンドン市エス・ダ
ブリュー1ミルバンク・インペ
リヤル・ケミカル・ハウス(番
地なし)

⑩特許願 昭53-84640

⑪代理人 弁護士 ローランド・ゾンデル
ホフ 外1名

⑫出願 昭53(1978)7月13日

優先権主張 ⑬1977年7月15日⑭イギリス国
(GB)⑮29803/77

⑯発明者 アーサー・トファム

イギリス国マンチエスター・ミ
ドルトン・デイングル・ロード

明細書

1 発明の名称

分散剤、該分散剤を含有する分散液、および
該分散液から製造せる塗料およびインキ

2 特許請求の範囲

1. ポリ(低級アルキレン)イミンと、遊離の
カルボン酸基を有するポリエステルとの反応
生成物より成り、その中でそれぞれのポリ(低級
アルキレン)イミン連鎖に最低2つのポリエ
ステル連鎖が結合された分散剤

2. 反応生成物がアミドであることを特徴とす
る、特許請求の範囲第1項記載の分散剤

3. 反応生成物が塩であることを特徴とする、
特許請求の範囲第1項記載の分散剤

4. ポリエステルが、式: HO-X-COOH [式中 X
が、最低8つの炭素原子を有しあつその中最
低4つの炭素原子がヒドロキシル基およびカ
ルボン酸基間にある2価の飽和または不飽和
脂肪族基である]のヒドロキシカルボン酸か
ら誘導されるか、もしくはこのようなヒドロ

キシカルボン酸と、ヒドロキシル基不含である
カルボン酸との混合物から誘導されること
を特徴とする、特許請求の範囲第1~第3項
のいずれかに記載の分散剤

5. ポリエステルが、平均分子量1600を有
しあつ、商業的な12-ヒドロキシステアリ
ン酸から誘導されることを特徴とする、特許
請求の範囲第4項記載の分散剤

6. ポリ(低級アルキレン)イミンが、塩素原
子最低20%が第3級アミノ基として存在す
る高密度に分枝せる形であることを特徴とする
、特許請求の範囲第1~第5項のいずれかに
記載の分散剤

7. ポリ(低級アルキレン)イミンが、500
0~100000の範囲内の平均分子量を有す
るポリ(エチレン)イミンであることを特徴
とする、特許請求の範囲第6項記載の分散剤

8. ポリエステル対ポリ(エチレン)イミンの
重量比が2:1~5:1の範囲内にあること
を特徴とする、特許請求の範囲第7項記載の

分散剤

9. ポリ(低級アルキレン)イミンと、遊離のカルボン酸基を有するポリエステルとの反応生成物より成り、その中でそれぞれのポリ(低級アルキレン)イミン連鎖に最低2つのポリエステル連鎖が結合された分散剤を含有する有機液体中固体の分散液
10. 分散剤を、固体の重量をベースとして15重量%～40重量%含有することを特徴とする、特許請求の範囲第9項記載の分散液
11. 固体を、分散液の全重量をベースとして20重量%～50重量%含有することを特徴とする、特許請求の範囲第9または第10項のいずれかに記載の分散液
12. 固体が染料または顔料であることを特徴とする、特許請求の範囲第10～第12項のいずれかに記載の分散液
13. 顔料が、ルビントナー、ベンチジンイエローおよびカーボンブラックより成る群から選択されることを特徴とする、特許請求の範囲

本発明によれば、ポリ(低級アルキレン)イミンと、遊離のカルボン酸基を有するポリエステルとの反応生成物より成り、その中でそれぞれのポリ(低級アルキレン)イミン連鎖に最低2つのポリエステル連鎖が結合された分散剤が得られる。

この反応生成物は、ポリエステルをポリ(低級アルキレン)イミンと反応させる反応条件の激しさに関連して塩もしくはアミドである。

有利なポリエステルは、式: HO-X-COOH [式中Xが、最低8つの炭素原子を有しつつその中最低4つの炭素原子がヒドロキシル基およびカルボン酸基間に有る2価の飽和または不飽和脂肪族基である]のヒドロキシカルボン酸から誘導されるか、またはヒドロキシル基不含であるこのようなヒドロキシカルボン酸の混合物から誘導される。

この塩および/またはアミドは部分的に酸、特に鉛酸で中和されていることができ、かつこれがアルキル化されていることができる、この

第12項記載の分散液

14. 染料が分散染料であることを特徴とする、特許請求の範囲第12項記載の分散液
15. 有機液体が炭化水素であることを特徴とする、特許請求の範囲第9～第14項のいずれかに記載の分散液
16. ポリ(低級アルキレン)イミンと、遊離のカルボン酸基を有するポリエステルとの反応生成物より成り、その中でそれぞれのポリ(低級アルキレン)イミン連鎖に最低2つのポリエステル連鎖が結合された分散剤を含有する分散液から製造された塗料およびインキ
17. 染料が分散染料である特許請求の範囲第14項記載の分散液から製造された転写印刷用インキを特徴とする、特許請求の範囲第16項記載のインキ

3 発明の詳細な説明

本発明は、分散剤、および該分散剤を含有する有機液体中固体の分散液、並びに該分散液から製造された塗料およびインキに関する。

結合せるアルキル基が場合により、例えばジメチルサルフェートと反応させることにより置換され、従つてまた塩が形成される。

低級アルキレンなる用語は、炭素原子数2～4を有するアルキレン基を表わし、かつ有利なポリ(低級アルキレン)イミンはポリエチレンイミンであり、これは実質的に直鎖状かまたは分枝状でも使用可能である。分枝状の、さらにとりわけ、炭素原子最低20%が第3アミノ基中に存在する高度に分枝状のポリエチレンイミンを使用するのが有利である。一般に、適當なポリ(低級アルキレン)イミンの分子量は、500よりも大、有利に5000よりも大であり、さらにとりわけ10000～100000の範囲内にある。

例えば有利なポリエステルは、ヒドロキシカルボン酸またはこのような酸の混合物もしくはヒドロキシカルボン酸およびカルボン酸の混合物を、場合によりエステル化触媒の存在において、有利に160～200℃の範囲内の温度で、

所望の分子量が得られるまで加熱することにより得られる。エステル化の過程は、生成物の酸価を測定することによりフォローされることができ、有利なポリエステルは、10~100mg KOH/g の範囲内の、とりわけ20~50mg KOH/g の範囲内の酸価を有する。エステル化反応で生じた水が反応媒体から除去され、かつ有利にこれが、窒素気流を、反応混合物上を通過させることによるか、または有利に、反応をトルエンまたはキシレンのような溶剤の存在において実施し、かつ水をこれが生じた際に溜去することにより行なわれることができる。

その後に、得られたポリエステルが常法で単離することができる；しかしながら反応が、その存在がその後の分散液中で有害でない有機溶剤の存在において実施される場合、得られたポリエステル溶液が使用されることができる。

前述のヒドロキシカルボン酸中で、Xにより表わされる基が有利に1.2~2.0個の炭素原子を有し、かつさらにこれは、カルボン酸基およ

びヒドロキシル基間に8~14個の炭素原子のあるのが有利である。また、ヒドロキシル基が第2級ヒドロキシル基であるのが有利である。

このようなヒドロキシカルボン酸の特殊な例として、リシノール酸、9-および10-ヒドロキシステアリン酸（オレイン酸を硫酸化し引き続き加水分解することにより得られる）の混合物、および12-ヒドロキシステアリン酸、および殊に、12-ヒドロキシステアリン酸に付加的にわずかな量のステアリン酸およびパルミチン酸を含有する、商業的に使用可能な水素添加せるヒマシ油脂肪酸が挙げられることができる。

ヒドロキシカルボン酸とともに使用され、有利なポリエステルを得ることができるとカルボン酸は、有利に、飽和または不飽和の脂肪族化合物のカルボン酸、殊に、8~20個の炭素原子の連鎖を含有するアルキルおよびアルケニルカルボン酸である。このような酸の例として、ラウリン酸、パルミチン酸、ステアリン酸および

オレイン酸が挙げられることができる。

殊に有利なポリエステルは、平均分子量約1600を有する商業的な12-ヒドロキシステアリン酸から誘導されたものである。このようなポリエステルは、全て詳細に英国特許明細書第1373660号および同第1342748号に記載されている。

該分散剤中のポリエステル対ポリアルキレンイミンの重量比は、好ましくは1以上、および有利に1~10の範囲内である。ポリエチレンイミンと、12-ヒドロキシステアリン酸から誘導されたポリエステルとを反応させることにより形成された分散剤の場合、ポリエステル対ポリエチレンイミンの重量比が2~5の範囲内にあるのが殊に有利である。明白に、この2つの反応成分の等モル比は、それらのそれぞれの平均分子量に関連する。

本発明のさらに他の利点によれば、前記せるような分散剤を含有する、有機液体中固体の分散液が得られる。

該分散液は、常用かつ公知の任意の分散液製造法により得られる。従つて、固体、有機液体および分散剤が、任意の順序で混合され、かつその後にこの混合物に、固体の粒径を低減させるための機械的処理が、分散液が形成されるまで例えばボールミル加工、ビーズミル加工、グラベルミル加工またはプラスチック用ローラ加工することにより施される。

選択的に固体は、その粒径を独立かまたは、有機液体もしくは分散剤との混合物中で低減させるため処理されることができ、かつその後に他の成分または複数の成分が添加され、それに引き続きその分散液が、該混合物を攪拌することにより得られることができる。この方法で得られかつ、微細に分配された形の固体および1種またはそれ以上の分散剤より成る分散液が本発明のもう1つの特徴である。

分散液中に存在する分散剤の量が、固体の重量をベースとして5重量%~5.0重量%、さらに有利に1.5~4.0重量%に相応する程度であ

り、かつ有利にこの分散液が、該分散液の全重量をベースとして20重量%～50重量%の固体を含有するのが有利である。

固体は、有機液体に関連する温度で実質的に不溶であり、かつ微細に分配せる状態に粉碎されることが可能である任意の無機または有機化合物であることができる。本発明は、固体が顔料または染料である場合に殊に有効であり、かつこのような固体を含有する分散液が本発明の有利な特徴である。顔料なる用語は、無機および有機顔料を2つとも包含し、かつレーキおよびトナーをも包含する。

有機顔料の例として、アゾ、チオインジゴ、アントラキノン、アンタントロンおよびインベンズアントロン顔料、バット・ダイ顔料、トリフェンジオキサン顔料、フタロシアンニン顔料、例えば、銅フタロシアニン、その核塩素化誘導体および銅テトラフェニルまたはオクタフェニルフタロシアニン、および他のヘテロ環顔料、例えば直鎖キナクリドンが挙げられること

ができる。

無機顔料の例として、鉛、亜鉛、バリウムおよびカルシウムのクロム酸塩を包含するクロム顔料および種々の混合物および変性体を挙げることができ、このようなものは、帯緑黄色の顔料として、ブリムローズ、レモン、ミドルオレンジ、スカーレットおよびレッドクロームズなる名称下の赤色系色調に商業的に使用可能である。変性クロム顔料は、例えば硫酸塩基および/または付加的な金属、例えばアルミニウム、モリブデンおよび錫を含有することができる。無機顔料の他の例は、カーボンブラック、二氧化チタン、酸化亜鉛、紺青およびその、ブランスウイックグリーンまたはクロムグリーンとして公知であるクロムイエロー、硫酸カドミウムおよびスルホセレニドとの混合物、酸化鉄、朱および群青である。本発明に適当であるこれらのおよびその他の種々の顔料が、染色および着色業者協会およびアメリカ繊維化学者および着色業者協会 (the Society of Dyers and Color-

urists and the American Association of Textile Chemists and Colourists)により1956年に共同出版された“カラーインデックス第2版”(Colour Index 2nd Edition)の第2巻中に、“ピグメント”(Pigments)なる表題下およびこれに引き継いだ補足案中に記載されている。

“レーキ(lake)なる用語は、水に不溶な金属塩または、アルミナのような水に不溶な無機ベース上に沈着せる有機染料の鉛体を表わす。

“トナー(toner)なる用語は、溶性またはわずかに溶性の有機染料、詳しくはアゾ染料の、水に不溶な金属塩または鉛体、詳しくはカルシウムまたはバリウム塩を表わし、場合によりロジンのようを展延剤の存在において製造されたものである。

前述のレーキおよびトナーの詳細な例は、1-(2'−スルホ-4'−メチル-5'−クロルフェニルアゾ)-2-ヒドロキシ-3-ナフ

トエ酸より成るバリウムトナー、3-(4'−クロルフェニルアゾ)キノリン-2:4-ジオールより成るニッケル鉛体、1-(2'−スルホ-4'−クロル-5'−メチルフェニルアゾ)-2-ナフトールより成るロジン添加バリウムトナー、1:4-ジヒドロキシアントラキノン-2-スルホン酸より成るアルミニウムレーキおよび、とりわけ、1-(2'−スルホ-4'−メチルフェニルアゾ)-2-ヒドロキシ-3-ナフトエ酸より成るロジン添加カルシウムトナーを挙げることができる。

本発明の分散液に使用するのに殊に有利な顔料は、ルビントナー、ベンチジンイエローおよびカーボンブラックであり、このようなものは出版物用のグラビヤ印刷インキおよび新聞印刷インキで使用されている。

染料の例として、分散染料のような水に不溶な染料、および塩基性、酸性および直接染料のような水溶性染料を挙げることができる。例えばこれら染料は、モノアゾおよびジスアゾ染料

およびそれらの金属化誘導体のようをアゾ染料、アントラキノン、ニトロ、フタロシアニン、メチル、スチリル、ナフトペリノン、キノブタロン、ジアリールメタン、トリアリールメタン、キサンチン、アシン、オキサジンおよびテアシン染料である。もし所望ならばこれら染料は、繊維材料と共有結合を形成することができる基を含有する反応性染料であることができる。

任意の有機液体が分散液中で使用されることができるが、炭化水素が有利である。このような液体の例として、ベンゼン、トルエン、キシレンのような芳香族炭化水素、石油フラクション、ホワイトスピリットおよびシクロヘキサンのような脂肪族および脂環式炭化水素、およびスピンドル油のような高沸点餌油を挙げることができる。選択的な有機液体は、クロルベンゼン、トリクロルエチレン、ペルクロルエチレン、1,1,1-トリクロルエタン、メチレンクロリド、クロロホルム、1,1,2-トリクロル-1,2,2-トリフルオルエタン、四塩化

炭素、テトラクロルエタンまたはジブロムエチレンのようなハロゲン置換炭化水素およびこれら化合物の混合物、ブチルアセテートおよび、リソワニス媒体として使用される高溫処理せるアマニ油のようなエステル、および、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトンおよびシクロヘキサンのようをケトンである。これら溶剤は、他の材料例えば、塗料媒体中で使用されるアルキド、ニトロセルロース、アクリル、ユリア／ホルムアルデヒド、メラミン／ホルムアルデヒドまたは他のレジン、もしくはグラビヤインキ媒体中で使用されるロジン添加亜鉛／カルシウムを溶液中に含有することができる。殊に有利な溶剤は、100～120℃の範囲内に沸点を有する石油フラクション、すなわちトルエン、キシレンおよびスピンドル油である。

本発明の分散液は、微細に分配されかつ解離状態の固体を含有する流動性または半流動性の組成物であり、かつ、これらそれぞれの固体の分散液が常用される全ての用途に使用される

ことができる。従つて顔料分散液は、該分散液に、殊に出版物用グラビヤインキおよび新聞印刷インキの製造に常用される他の成分を混合することにより、このようなインキを製造する場合に有用である。またこれら分散液は、塗料を、その用途のために該分散液を常用のアルキドまたは他のレジンへ混入し製造する場合に有用である。

染料分散液は、繊維プリント用インキまたは溶剤系染色インキを製造する場合、および殊に染料が昇華性の分散染料であり、転写印刷する場合に有用である。さらに、このような分散液を含有するインキおよび塗料が本発明の特徴である。

分散液が半流動性である場合、その流動性を、英國特許明細書第1508578号に記載されたような流動化剤を添加することにより増大させることができる。

さらに本発明を以下の実施例につき詳説する。例中の「部」および「パーセント」は全て

「重量部」および「重量パーセント」である。

分散剤 A

分子量約1200を有するポリエチレンイミン（ダウケミカル社（Dow Chemical Company）により商標名「PEI 12」下に市販）50部およびポリエスチル A（下記参照）68.6重量部より成る混合物を、3時間150℃で窒素気流下に水蒸気を逃出させつつ攪拌する。生成物はゴム状であり、トルエンに可溶、水に不溶である。赤外スペクトルは、3300, 1660および1550 cm^{-1} にアミド基によるバンド、1610および780 cm^{-1} にアミノ基によるバンド、および1735 cm^{-1} にエステル基によるバンドを示す。実質的にこの生成物は、ポリエチレンイミンおよびポリエスチルの1:1モル反応生成物であり、従つて米国特許明細書第3882088号に開陳された一般的種類の反応生成物である。これは本発明の実施例ではなく、比較の目的で包含されたにすぎない。

キシレン348部および商業的等級の12-

ヒドロキシステアリン酸（酸価およびヒドロキシル価それぞれ18.2 mg KOH/g および16.0 mg KOH/gを有する）33.50部より成る混合物を22時間190°C～200°Cで攪拌し、反応中に生じた水を溜出物中のキシレンと分離し、その後にこれを反応媒体中へ返流する。水1.52部を捕集せる後、キシレンを、200°Cで窒素気流中で加熱することにより除去する。得られた淡黄色の液体は酸価35.0 mg KOH/gを有する。

例 1

分散剤 B

このものを、分散剤 A と類似に、但し2倍の量のポリエステル A を使用しつつ2時間だけ加熱し製造する。酸価5.2 mg KOH/g。赤外スペクトルは分散剤 A のそれと類似であるが、アミノ基によるバンドがそれよりも弱い。

例 2

分散剤 C

分子量約5000を有する高度に分枝せるポ

拌した後反応を完結させて冷却し、澄明な4.1.4%溶液を得る。

例 4

分散剤 E

50000の範囲内の分子量を有するポリエレンイミンの約50%水溶液（BASF社により商標名「ポリミン（Polymim）P」下に市販）50部を、100°Cで減圧下に、最後に水銀柱18cmで加熱脱水し、残渣24.1部へポリエステル A 19.2.8部を添加する。この混合物を窒素気流下に2時間150°Cで攪拌する。冷却すると、炭化水素溶剤に可溶な軟質ゴムが生じる。この生成物22部のトルエン4.4部中溶液を攪拌するとともに、ジメチルサルフェート0.4.5部を添加する。4.5分90～100°Cで攪拌した後に反応を完結させ、これを冷却し、澄明な33.6%溶液を得る。

例 5

分散剤 F

ポリミン P 100部を100°Cで減圧下に、

リエナレンイミン（ダウケミカル社により商標名「PEI 600」下に33%水溶液として市販）7.5部およびトルエン21.6部より成る混合物を窒素下に攪拌および煮沸し、分離装置を使用し水を溜出物から除去するとともに、トルエンを反応混合物へ返流する。ポリエステル A 50部およびさらにトルエン21.6部を添加し、かつこの混合物を、トルエンを溜去しつつ温度が150°Cに達するまで攪拌する。1時間後に150°Cで、この混合物は攪拌するのに粘稠になりすぎるが、この混合物を150°Cでさらに2時間維持する。冷却すると、炭化水素溶剤に可溶である褐色のゴム状物が生じる。酸価は16.8 mg KOH/gである。

例 3

分散剤 D

分散剤 B 22部のトルエン33部中溶液を38°Cで攪拌するとともに、ジメチルサルフェート1.35部を添加する。発熱反応が温度を48°Cに上昇させる。90～100°Cで4.5分間攪

拌した後反応を完結させて冷却し、澄明な4.1.4%溶液を得る。

最後に水銀柱18cmで加熱脱水し、その後にポリエステル A 19.0.8部を添加した。この混合物を窒素気流下に2時間150°Cで加熱した。冷却すると、炭化水素溶剤に可溶なゴム状物が生じた。この生成物22部のトルエン4.4部中溶液を攪拌するとともに、硫酸0.81部の水5部中溶液を添加する。水を溜出させ、分離装置を使用しトルエンを反応混合物へ返流し、澄明な33.6%溶液を得る。

例 6

分散剤 G

このものを、分散剤 F と類似に、但し硫酸の代りに濃塩酸1.18部を使用し製造する。最終的な溶液は澄明な32.9%溶液である。

例 7

分散剤 H

ポリエステル A 250部、沸点100～120°Cの石油フラクション27.5部およびポリミン P 12.5部より成る混合物を攪拌するとともに水を溜出させ、分離装置を使用し石油フラク

ションを反応混合物に返流する。この生成物は透明な55.6%溶液である。これは、赤外スペクトルにおいて1585cm⁻¹にカルボキシレート陰イオン基によるバンドが存在しつつ、アミド基によるバンドが不在であることにより示されるような塩である。

例 8

分散剤 I

リシノール酸1200部およびキシレン15.6部より成る混合物を23時間190~200°Cで煮沸し、分離装置を使用し溜出液から水を除去しつつキシレンを反応混合物へ返流する。その後に、溶剤を150°Cで減圧下に除去し、酸価23.9mg KOH/タの油状物としてのポリリシノール酸を残す。

ポリミンP100部を100°Cで減圧下に、最後に水銀柱18mmで加熱脱水し、その後にポリリシノール酸193.6部を添加する。15分40°Cで攪拌した後、塩が透明粘稠な液体として得られる。

り成る混合物を、窒素気流下に攪拌するとともに温度を150°Cに上昇させ、水蒸気を逃出させる。80分後に150°Cで、これを110°Cに冷却し、さらにスピンドル油262部を添加する。100~110°Cで1時間攪拌した後、この30%溶液を冷却し、粘稠な溶液を形成させる。赤外スペクトルは分散剤Jよりも多数のアミド基の存在を示す。

例 11

1-アミノ-2-フェノキシ-4-ヒドロキシアントラキノン4部、分散剤Jおよび、沸点100~120°Cの石油フラクション4.8部より成る混合物を18時間ポールミル加工し染料の流動性分散液を得る、このものは、ポリエステル繊維を有機溶剤から染色する場合に使用するのに適当であり、かつ特に印刷紙用のグラビヤおよび回転スクリーン印刷インキに使用するのに適当であり、ポリエステル繊維材料に転写印刷法により施すのに適当である転写紙が得られる。

例 9

分散剤 J

ポリエステルA200部、ポリミンP100部およびスピンドル油250部より成る混合物を攪拌するとともに、温度を徐々に110°Cに上昇させ、水蒸気を逃出させ、かつ発泡を阻止する必要がある場合はわずかな量のシリコーン消泡剤を添加する。20分後に110°Cでこの生成物、有利に塩の50%溶液を20°Cに冷却し粘稠な溶液を形成する。赤外スペクトルは弱いアミドバンドを1660cm⁻¹に示しつつ、1585cm⁻¹にカルボキシレートアニオンによる、および1730cm⁻¹にエステル基による強いバンドを示す。

例 10

分散剤 K

ポリエステルA160部、ポリミンP80部、スピンドル油(新聞用インキ中に使用される高沸点鉱油フラクション)200部およびシリコーン消泡剤の50%エマルジョン0.05部よ

例 12

ポリクロル鋼フタロシアニン3部、分散剤B0.9部および、沸点100~120°Cの石油フラクション6.1部より成る混合物を18時間ポールミル加工し、グラビヤ印刷インキに使用するのに適当である顔料の流動性分散液を得る、

類似の分散液が、前述の顔料の以下をどの顔料に代えた場合でも得られる:

- フラバントロン
- 4,10-ジブロムアンタントロン
- インダントロン
- スルホクロム酸鉛
- カラーアンデックス・ベーシックブルー(C. I. Basic Blue)7(42595)のホスホモリブドタンクステート

例 13

カラーアンデックス・ビグメントグリーンG 10(12775)3部、分散剤Bの55%溶液1.62部および、沸点100~120°Cの石油フラクション5.38部を18時間ポールミル加

工し、顔料の流動性分散液を得る。

類似の分散液が、前述の顔料をカラーアインデックス・ピグメント赤53(12120)またはカラーアインデックス・ピグメント赤57(15850レーキ)により代えた場合に得られる。

もし分散剤Hを、フランス特許明細書第1543762号に記載された、ステアリン酸1.42部とポリミンP4.3部とを、分散剤Hの製造に使用された条件(例7参照)下に反応させることにより製造される種類の化合物により代えたならば、分散液は非流動性であり、従つて取扱いが困難である。

下表に、該表の第2欄に記載せる顔料およびその部数、該表の第3欄に記載せる分散剤およびその部数、および該表の第4欄に記載せる、全重量を10部とするのに十分な量の有機液体と一緒に磨碎することにより得られる、本発明の流動性組成物の他の例をまとめた。

第1表

| 例 | 顔料およびその量 | 分散剤およびその量 | 有機液体 |
|----|--------------------------------|---|----------------------|
| 14 | ジプロムアンタントロン3部 | 分散剤H 0.9部 | キシレン |
| 15 | キナグリドン 3部 | " | " |
| 16 | カーボンブラック 3部 | " | " |
| 17 | C.I. ピグメントイエロー 42(21090) 4部 | " | 沸点100~120°Cの石油フラクション |
| 18 | C.I. ピグメント赤57 (15850レーキ) 4部 | ~0.8部 | " |
| 19 | カーボンブラック 5部 | ~0.75部 | " |
| 20 | C.I. ピグメントバイオレット 42(23) 3部 | 分散剤C 0.9部 | " |
| 21 | ポリクロル鋼フタロシアニン 3部 | ~0.9部 | トルエン |
| 22 | β形鋼フタロシアニン 3部 | 分散剤D 41.5% 溶液1.45部および下記の流動化剤 0.3部 | " |
| 23 | カーボンブラック 4部 | 分散剤E 33.7% 溶液 1.78部 | " |
| 24 | " | 分散剤F 33.6% 溶液 1.79部 | " |

| | | | | | | | |
|----|--|------------------------|--------------------------|----|--------------------------------|------------------------|-------------------------|
| 25 | カーボンブラック 4部 | 分散剤G 32.0% 溶液 1.82部 | トルエン | 37 | C.I. ピグメントグリーン 47(74260) 3部 | 分散剤I 0.9部 | 沸点100~120°C石油 フラクション |
| 26 | C.I. ベーシックブルー 7(42395)のホス ホモリブドウングステート 3部 | 分散剤H 55.6% 溶液 1.62部 | 沸点100~120°Cの石油フラ クション | 38 | C.I. パクトブルー 4(69800) 2部 | 分散剤Hの55.6% 溶液 1.08部 | ブチルアセテ ート |
| 27 | C.I. ピグメントイエロー 43(77603)3部 | " | " | | | | |
| 28 | C.I. ピグメントバイオレ ット45(58055レ キ) 3部 | " | " | | | | |
| 29 | C.I. ピグメントグリーン 47(74260) 3部 | " | " | | | | |
| 30 | C.I. パクトオレンジ 5(59300) 3部 | " | " | | | | |
| 31 | C.I. パクトブルー 4(69800) 3部 | " | " | | | | |
| 32 | カーボンブラック 3部 | " | " | | | | |
| 33 | C.I. ピグメントイエロー 42(21090)3部 | " | " | | | | |
| 34 | C.I. パクトブルー 4(69800) 3部 | " | ヘキサン | | | | |
| 35 | " | " | シクロヘキサン | | | | |
| 36 | " | " | メチルイソブチ ルケトン | | | | |

例 39

カーボンブラック1.2部およびスピンドル油8.8部から製造せる新聞印刷用インキを、粘度につき、フェラントシャーリー(Ferranti-Shirley)の円盤平板粘度計を使用し種々の剪断速度で25°Cで、カーボンブラック1.2部、例10に記載せる分散剤Jの5.0%溶液4部およびスピンドル油8.4部から製造せる新聞印刷用インキ、および、カーボンブラック1.2部、例1.0に記載せる分散剤Kの3.0%溶液8.7部およびスピンドル油8.1.3部から製造せる新聞印刷用インキと比較する。分散剤Jまたは分散剤Kは、下表に示したようにさらに流動性かつさらにニュートン流体性である。

昭和 53 年 10 月 5 日

| 剪断速度 (秒 ⁻¹) | 粘 度 (ボイス) | | |
|----------------------------|---------------|-------------------|-------------------|
| | 分散剤不含 のインキ | 分散剤 J を有 するインキ | 分散剤 K を有 するインキ |
| 70.95 | 9.5 | 3.61 | 3.24 |
| 283.8 | 5.2 | 3.57 | 3.15 |
| 567.6 | 4.4 | 3.38 | 3.08 |
| 709.5 | 4.1 | 3.23 | 3.04 |

特許庁長官殿

1. 事件の表示

昭和 53 年 特許願 第 64640 号

2. 発明の名称

分散剤、該分散剤を含有する分散液、および
該分散液から製造せる塗料およびインキ

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

(981)名 称 インペリアル ケミカル・インダストリーズ・リミテッド

4. 代 理 人 〒100

住所 東京都千代田区丸の内3丁目3番1号
新東京ビルディング 電話(216)5031~5番

氏名 (0017)弁護士 ローランド・ゾンデルホフ

5. 補正により増加する発明数 0

6. 補正の対象

明細書の発明の詳細な説明の欄

代 理 人 弁護士 ローランド・ゾンデルホフ
(ほか1名)

7. 補正の内容

(1) 明細書第18頁下から第1~第2行間に「
ポリエステルA」と加入する。

(2) 同第31頁の第2表以下に、

「もし例19で使用せる分散剤 B 0.75 部を
分散剤 A 0.75 部に代えたならば、製造さ
れた分散液が非流動性であり、従つて取扱
いもしくはインキへの交換が極めて困難で
ある。」

流動化剤(例22中で使用せるもの)

1つの銅フタロシアニン換算り平均スル
ホン酸基数1.3を有する銅フタロシアニ
ンスルホン酸8.56部を含有するフィル
ターケーキ30部および水200部より成る
混合物を攪拌するとともに、アルカード(ARQUAD)2HT-75なる商標名下に市販され
ている、ジオクタデシルジメチルアンモ
ニウムクロリド7.5%およびインプロベノ
ール2.5%より成る商業的に通用可能な混
合物7.6部を添加する。90~100°Cで2時間攪拌した後、固体を濾別し、沈澱
しつつ乾燥する。」

と加入する。

60 10. 2

特許法第17条の2の規定による補正の掲載

昭和53年特許願第 84640号(特開昭54-37082号, 昭和54年3月19日発行 公開特許公報 54-371号掲載)については特許法第17条の2の規定による補正があつたので下記のとおり掲載する。 (1)

| Int. C.I. | 識別記号 | 庁内整理番号 |
|------------|------|---------|
| B01F 17/28 | | 8317-4G |
| C09D 11/00 | | 7342-4J |
| 17/00 | | 7342-4J |

手続補正書(自発)

昭和60年7月12日

特許庁長官殿

- 事件の表示
昭和53年特許願第 84640号
- 発明の名称
分散剤、該分散剤を含有する分散液、および該分散液から製造せる塗料およびインキ
- 補正をする者
事件との関係 特許出願人
名 称 インペリヤル・ケミカル・インダストリーズ・リミテッド
- 代理人
住 所 〒106 東京都千代田区丸の内2丁目3番1号
新東京ビルディング563号 電話(03)5031-5555
氏 名 (G181) 弁理士 矢野敏雄
- 補正により増加する発明数 0
- 補正の対象
明細書の特許請求の範囲の欄
- 補正の内容
別紙の通り

2 特許請求の範囲

- ポリ(低級アルキレン)イミンと、遊離のカルボン酸基を有するポリエステルとの反応生成物より成り、その中でそれぞれのポリ(低級アルキレン)イミン連鎖に最低2つのポリエステル連鎖が結合された分散剤。
- 反応生成物がアミドであることを特徴とする、特許請求の範囲第1項記載の分散剤。
- 反応生成物が塩であることを特徴とする、特許請求の範囲第1項記載の分散剤。
- ポリエステルが、式: $HO-X-COOH$ (式中Xが、最低8つの炭素原子を有しあつその中最低4つの炭素原子がヒドロキシル基およびカルボン酸基間にある2価の飽和または不飽和脂肪族基である)のヒドロキシカルボン酸から誘導されるか、もしくはこのようないわゆるカルボン酸との混合物から誘導されることを特徴とする、特許請求の範囲第1項から第3項までのいずれか1項記載の分散剤。
- ポリ(低級アルキレン)イミンが、平均分子量1600を有しあつ、商業的な12-ヒドロキシステアリン酸から誘導されることを特徴とする、特許請求の範囲第4項記載の分散剤。
- ポリ(低級アルキレン)イミンが、窒素原子最低20%が第3級アミノ基として存在する高度に分枝せる形であることを特徴とする、特許請求の範囲第1項から第5項までのいずれか1項記載の分散剤。
- ポリ(低級アルキレン)イミンが、5000~100000の範囲内の平均分子量を有するポリ(エチレン)イミンであることを特徴とする、特許請求の範囲第6項記載の分散剤。
- ポリエステル対ポリ(エチレン)イミンの重量比が2:1~5:1の範囲内にあることを特徴とする、特許請求の範囲第7項記載の分散剤。
- ポリ(低級アルキレン)イミンと、遊離のカルボン酸基を有するポリエステルとの反応生成物より成り、その中でそれぞれのポリ(

低級アルキレン)イミン連鎖に最低2つのポリエステル連鎖が結合された分散剤を含有する有機液体中固体の分散液。

10. 分散剤を、固体の重量をベースとして15重量%~40重量%含有することを特徴とする、特許請求の範囲第9項記載の分散液。
11. 固体を、分散液の全重量をベースとして20重量%~50重量%含有することを特徴とする、特許請求の範囲第8項または第10項記載の分散液。
12. 固体が染料または顔料であることを特徴とする、特許請求の範囲第9項から第11項までのいずれか1項記載の分散液。
13. 顔料が、ルビントナー、ベンチジンイエローおよびカーボンブラックより成る群から選択されることを特徴とする、特許請求の範囲第12項記載の分散液。
14. 染料が分散染料であることを特徴とする、特許請求の範囲第12項記載の分散液。
15. 有機液体が炭化水素であることを特徴とする、特許請求の範囲第9項から第14項までのいずれか1項記載の分散液。
16. ポリ(低級アルキレン)イミンと、遊離のカルボン酸基を有するポリエステルとの反応生成物より成り、その中でそれぞれのポリ(低級アルキレン)イミン連鎖に最低2つのポリエステル連鎖が結合された分散剤を含有する分散液から製造された塗料およびインキ。
17. 染料が分散染料である特許請求の範囲第14項記載の分散液から製造された転写印刷用インキを特徴とする、特許請求の範囲第16項記載のインキ。